



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 101 36 498 A 1**

⑤ Int. Cl.⁷:
F 26 B 5/06

⑳ Aktenzeichen: 101 36 498.9
㉔ Anmeldetag: 27. 7. 2001
㉕ Offenlegungstag: 6. 2. 2003

DE 101 36 498 A 1

㉑ Anmelder:
Steris GmbH, 50354 Hürth, DE

㉒ Vertreter:
Leineweber, J., Dipl.-Phys., Pat.-Anw., 50859 Köln

㉓ Erfinder:
Haseley, Peter, 53340 Meckenheim, DE; Oetjen,
Georg-Wilhelm, Dr., 23556 Lübeck, DE

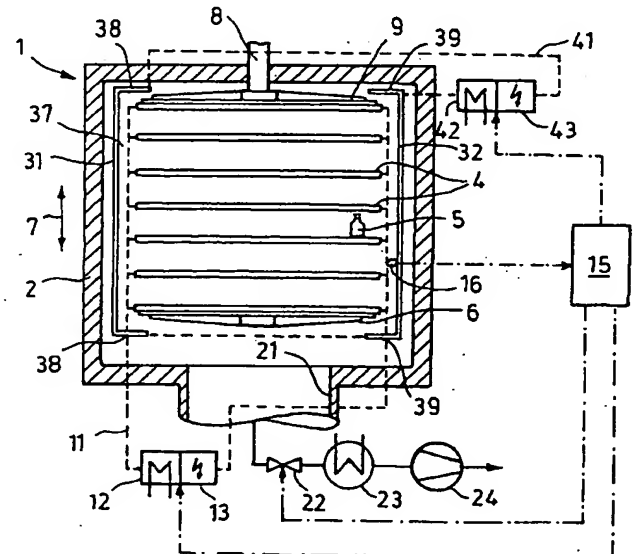
⑤⑤ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
zu ziehende Druckschriften:

US 37 62 065
US 33 11 991
WO 97 20 181 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑤④ Kammer für eine Gefriertrocknungseinrichtung

⑤⑦ Die Erfindung betrifft eine Kammer (1) für eine Gefriertrocknungseinrichtung mit temperierbaren Stellflächen für Behälter (5), in denen sich gefrierzutrocknendes Produkt befindet; um während des Gefriertrocknungsprozesses zu erreichen, dass sich gleichförmige Temperatur- und Wasserdampfpartialdruckverhältnisse einstellen, wird vorgeschlagen, dass eine aus temperierbaren Bauteilen (31 und 36) bestehende optische Abschirmung zwischen den Stellflächen und den Innenwandflächen der Kammer (1) vorhanden sind.



DE 101 36 498 A 1

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf eine Kammer für eine Gefriertrocknungseinrichtung mit temperierbaren Stellflächen für Behälter, in denen sich das zu gefriertrocknende Produkt befindet.

[0002] Die Gefriertrocknung hat sich insbesondere in der pharmazeutischen Industrie zur Konservierung von Medikamenten, Impfstoffen usw. durchgesetzt. In den Kammern moderner Gefriertrocknungseinrichtungen befindet sich eine Mehrzahl von Stellplatten, auf deren Stellflächen eine Vielzahl von Behältern, Fläschchen o. dgl. (100.000 und mehr) Platz findet. Das üblicherweise in Wasser gelöste Produkt wird in Behälter dieser Art gefüllt. Vor dem Beginn des Gefriertrocknungsprozesses erfolgt das Einfrieren der Flüssigkeit. Üblicherweise findet dieser Schritt bereits in der Kammer der Gefriertrocknungseinrichtung statt, indem die Stellflächen entsprechend tief (-40°C bis -60°C) gekühlt werden.

[0003] Aus der deutschen Offenlegungsschrift 197 19 298 ist eine Kammer der eingangs erwähnten Art bekannt. Außerdem wird in diesem Dokument ein Verfahren zur Steuerung des Gefriertrocknungsprozesses in der Kammer erläutert. Kennzeichnend für den Ablauf des Trocknungsprozesses sind im wesentlichen zwei Trocknungsphasen. Solange sich noch kristallisiertes (gefrorenes) Wasser in dem Produkt befindet, nennt man diesen Trockenabschnitt die Haupt- oder Sublimationstrocknung. Liegt kein Wasser in Form von Eis mehr vor, ist das restliche Wasser am Trockenprodukt absorbiert und auch mehr oder weniger fest gebunden. Die Entfernung dieses Wassers findet während der Nach- oder Desorptionstrocknung statt. Zur Steuerung eines Gefriertrocknungsprozesses dieser Art werden bestimmte Kammerdrücke und Stellflächentemperaturen eingestellt. Ein wesentlicher Parameter ist dabei die Eistemperatur, die durch Druckanstiegmessungen bestimmbar ist.

[0004] Die Steuerung der Eistemperatur in der Sublimationsfläche über den Druck setzt voraus, dass ein gleichförmiger Wasserdampfpartialdruck in der Kammer herrscht. Diese gleichförmige Druckverteilung ist im Bereich der Kammerwände sowie Kammertür oder -türen nur begrenzt möglich. In diesen Bereichen hängt die Temperatur des in den Fläschchen befindlichen Produkts nicht nur von der Stellplattentemperatur ab; auch die Temperatur der Innenwände der Kammer wirkt sich über Wärmestrahlung aus. Hat z. B. der aus dem Produkt austretende Wasserdampf eine Temperatur von -40°C , dann erhöht sich diese Temperatur auf den Stellplatten z. B. auf -20°C , während der Wasserdampf in der Nähe der Wände z. B. 20°C erreicht. Aufgrund dieser Temperaturunterschiede können sich Druckunterschiede von mehr als 10% einstellen. Die gewünschte Voraussetzung, dass ein gleichmäßiger Wasserdampfpartialdruck in der Kammer herrscht, ist nicht mehr ausreichend genau erfüllt; die sich einstellende Eistemperatur ist nicht mehr gleichförmig. Einbußen der Produktqualität sind die Folge.

[0005] Um den Einfluss der Kammerwandtemperatur auf die Temperatur des in den Fläschchen befindlichen Produkts zu vermeiden, ist es bekannt, die Stellplatten mit einem äußeren Rand auszurüsten, der das Produkt vor einer von den Kammerwänden ausgehenden Wärmestrahlung schützt. Diese Maßnahmen haben jedoch nur einen begrenzten Erfolg gehabt, da die Temperaturunterschiede zwischen dem Rand und den Stellflächen ca. 20°C betragen.

[0006] Weiterhin wurde bereits vorgeschlagen, die Wände und Tür(en) der Kammer zu temperieren. Diese Maßnahmen sind jedoch mit praktisch unüberwindbaren technischen Schwierigkeiten und wirtschaftlichen Nachteilen ver-

bunden. Die Kammer mit ihrer (ihren) Tür(en) kann bei Produktionsanlagen, besonders wenn sie mit Dampf sterilisiert werden müssen, eine Masse von vielen Tonnen haben. Diese Massen müssten bis -40°C und oft bis -60°C beim Einfrieren abgekühlt werden, was entweder zu einer unzulässig langen Einfrierzeit führt oder zu getrennten Kühlsystemen, die ein mehrfaches an Kälteleistung abgeben müssen, als sie für die Stellplatten und das Produkt erforderlich ist. Abgesehen von diesen wirtschaftlichen Problemen ist es technisch schwierig, die Flansche an der Kammer und den Flansch an der Tür auf z. B. -50°C zu kühlen. Die Dichtungen zwischen Kammer und Tür müssen bei tiefen Temperaturen funktionsfähig bleiben, und es ist schwierig, ein Kondensieren des Wasserdampfes an diesen Flanschen zu vermeiden. Eine denkbare Isolierung der Flansche gegen die Wasserdampfkondensation ist technisch nicht möglich, da Kammerflansch und Tür in sterilen Räumen untergebracht sind. Die Sterilitätsanforderungen in einem Reinraum schließen die Verwendung von für diese tiefen Temperaturen geeigneten Isoliermaterialien aus.

[0007] Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Kammer für eine Gefriertrocknungseinrichtung der eingangs erwähnten Art ohne besonderen technischen Aufwand so auszubilden, dass sich während des Gefriertrocknungsprozesses gleichförmige Temperatur- und Wasserdampfdruckverhältnisse einstellen.

[0008] Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, dass eine aus temperierbaren Bauteilen bestehende optische Abschirmung zwischen den Stellflächen und den Kammerinnenflächen vorhanden ist. Während der Durchführung des Gefriertrocknungsprozesses werden die temperierbaren Bauteile jeweils auf die Temperatur eingestellt, die auch die Stellplatten haben. Die Kammerwandtemperaturen können die Temperatur des in den Fläschchen befindlichen Produkts nicht mehr beeinflussen. In dem von den Abschirmbauteilen begrenzten Innenraum herrschen keine messbaren Temperatur- und Wasserdampfdruckunterschiede mehr.

[0009] Weitere Vorteile und Einzelheiten der Erfindung sollen anhand eines in den Fig. 1 und 2 schematisch dargestellten Ausführungsbeispiels erläutert werden. Es zeigen:

[0010] Fig. 1 einen Vertikalschnitt durch eine Kammer nach der Erfindung,

[0011] Fig. 2 einen Horizontalschnitt durch diese Kammer.

[0012] In den Figuren sind die Kammer mit 1, die Kammerwandung mit 2, ihre Tür mit 3 (Fig. 2), die in der Kammer 1 befindlichen Stellplatten mit 4 und ein beispielhaft dargestelltes, auf der Stellfläche einer Stellplatte 4 abgesetztes Fläschchen mit 5 bezeichnet. Die untere Stellplatte 4 stützt sich auf einer ortsfesten Basisplatte 6 ab. Die übrigen Stellplatten 4 sind derart auf- und abbewegbar (Doppelpfeil 7), dass sich ihr Abstand verändert. Durch ein Zusammenfahren der Stellplatten z. B. mit Hilfe eines hydraulischen Antriebs (Kolbenstange 8) erfolgt in bekannter Weise das Verschieben der Fläschchen 5 mit Stopfen, die seitlich endende Durchtrittskanäle für den Wasserdampf aufweisen und vor dem Beginn des Gefriertrocknungsprozesses auf die Fläschchen 5 aufgesetzt werden. Die oberste Stellplatte 4 ist am Stempel 9 der Kolbenstange 8 befestigt.

[0013] Die Stellplatten 4 sind Bestandteil eines gestrichelt angedeuteten Temperierkreislafs 11. Er ist von einer Sole durchströmt, die je nach Bedarf in einen Wärmetauscher 12 (angeschlossen an eine nicht dargestellte Kältemaschine) gekühlt oder mit einer Heizung 13 aufgeheizt wird. Dem gesteuerten Ablauf des Gefriertrocknungsprozesses dient eine als Block dargestellte Steuerung 15, der als Steuergröße u. a. Signale eines in der Kammer angeordneten Drucksensors 16

zugeführt werden. Zu Beginn des Gefriertrocknungsprozesses werden die Stellplatten zunächst gekühlt (Einfrierphase). Während der Trocknungsphasen haben die Stellplatten Temperaturen über 0°C, um den Verdampfungsprozess zu beschleunigen.

[0014] Die Kammer 1 ist mit einem Anschlussstutzen 21 ausgerüstet, an den über ein Ventil 22 ein Kondensator 23 und eine Vakuumpumpe 24 angeschlossen sind. Der Kondensator 23 dient der Anlagerung des Wasserdampfes, der während der Gefriertrocknung anfällt. Nicht kondensierbare Gase werden von der Vakuumpumpe 24 entfernt. Das Ventil 22 steht mit der Steuerung 15 in Verbindung. Es wird zeitweise geschlossen, um mit Hilfe von Druckanstiegsmessungen die Eistemperatur bestimmen zu können.

[0015] Um das erfindungsgemäße Ziel zu erreichen, ist eine Abschirmung zwischen den Stellflächen und den Innenflächen der Kammerwand 2 vorgesehen. Sie besteht aus mehreren Bauteilen 31 bis 36, die die Stellplatten 4 derart umfassen, dass keine Sichtverbindung zwischen den Stellflächen und den darauf abgesetzten Fläschchen 5 einerseits und den Kammerinnenwandflächen andererseits besteht. Die zwischen den Bauteilen gewählten Abstände sind so groß bemessen, dass der Wasserdampftransport zwischen den Stellflächen und dem Anschlussstutzen 21 im wesentlichen ungehindert stattfinden kann. Zweckmäßig ist es deshalb, wenn sich die einzelnen Bauteile nach Art einer Jalousie überlappen.

[0016] Beim dargestellten Ausführungsbeispiel umfassen die Bauteile 31 bis 36 das Stellplattenpaket von allen Seiten. Nach oben und nach unten bilden die obere bzw. untere Stellplatte 4 den erwünschten, temperierten Sichtschutz. Ist z. B. eine obere Stellplatte 4 nicht vorhanden, müssen ein oder mehrere weitere Bauteile vorhanden sein, die für die optische Abschirmung zur oberen Kammerwandung hin sorgen.

[0017] Durch die erfindungsgemäßen Bauteile entsteht ein innerer, nach außen optisch dichter Raum 37, in dem sich die Stellplatten 4 bzw. Stellflächen für die Fläschchen 5 befinden. Von den Kammerinnenwandflächen ausgehende Strahlungswärme kann die Temperatur- und Druckverhältnisse im Raum 37 nicht mehr beeinflussen. Während des Ablaufs des Gefriertrocknungsprozesses stellen sich die gewünschten Drücke und Temperaturen im Raum 37 gleichmäßig ein.

[0018] Um eine optimale Abschirmung der Stellflächen auch in Kantenbereichen des Stellplattenpaketes zu erreichen, weisen die Bauteile 31, 32 oben und unten abgebogene Endabschnitte auf. Eine Alternative dazu zeigt Fig. 2. Im Bereich der hinteren Kanten des Stellplattenpaketes enden die Bauteile 31, 33 bzw. 32, 33 jeweils mit einem den Dampfdurchtritt nicht behindernden Spalt. Den Spalten sind mit ausreichendem Abstand weitere Bauteile 34, 35, vorzugsweise zwischen den Spalten und der Kammerwand 2, zugeordnet, deren Breite und Länge so gewählt sind, dass eine Sichtverbindung zwischen den Stellflächen und der Kammerinnenwand durch die Spalte hindurch nicht besteht.

[0019] Mit 36 ist ein Bauteil der erfindungsgemäßen Art bezeichnet, das an der Tür 3 der Kammer 1 befestigt ist und derart ausgebildet ist, dass eine Sichtverbindung zwischen den Stellflächen und der Türinnenfläche nicht besteht. Abgebogene Abschnitte 40 sorgen für die notwendige Überlappung der Abschirmbauteile im Bereich der vorderen Kanten des Stellplattenpaketes.

[0020] Die Abschirmbauteile sind temperiert. Sie sind als relativ dünne (weniger als 1 cm) doppelwandige Platten ausgebildet und von einem Heiz-/Kühlmedium (Sole) durchströmt. Zweckmäßig haben die Platten eine möglichst geringe Wärmekapazität und bestehen aus Edelstahl.

[0021] In Fig. 1 ist ein vom Temperaturkreislauf 11 für die Stellplatten 4 unabhängiger Kreislauf 41 mit Wärmetauscher 42 und Heizung 43 dargestellt. Alle Abschirmbauteile sind Bestandteil dieses Kreislaufs 41. Über flexible Verbindungsleitungen 44 (Fig. 2) ist auch das an der Kammertür 3 befestigte Bauteil 36 versorgt.

[0022] Es besteht zwar die Möglichkeit, die Abschirmbauteile auch in den Stellplattenkreislauf 11 einzubeziehen. Wegen der unterschiedlichen und zeitlich versetzten Leistungsanforderungen sind jedoch zwei separate Kreisläufe 11 und 41 zweckmäßig. Der Steuerung des Kreislaufs 41 dient ebenfalls der Steuerblock 15.

[0023] Die Figuren zeigen noch, dass sich der Drucksensor 16 im Raum 37 befindet. Als Steuergröße ist der Druck in diesem Raum 37 maßgebend. Der Druck außerhalb des Raumes 37 ist für den gesteuerten Ablauf des Gefriertrocknungsprozesses unerheblich.

Patentansprüche

1. Kammer (1) für eine Gefriertrocknungseinrichtung mit temperierbaren Stellflächen für Behälter (5), in denen sich gefrierzutrocknendes Produkt befindet, dadurch gekennzeichnet, dass eine aus temperierbaren Bauteilen (31 bis 36) bestehende optische Abschirmung zwischen den Stellflächen und den Innenwandflächen der Kammer (1) vorhanden sind.
2. Kammer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die temperierbaren Bauteile doppelwandig ausgebildete Platten sind, die Bestandteil eines Kältemittelkreislaufs (11, 41) sind.
3. Kammer nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass eine Mehrzahl von temperierbaren Bauteilen bzw. Platten (31 bis 36) zur Herstellung der optischen Dichtheit derart angeordnet sind, dass sie einander überlappen.
4. Kammer nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass die temperierbaren Bauteile bzw. Platten (31 bis 36) zur Herstellung der optischen Dichtheit mit abgebogenen Abschnitten (38, 39, 40) ausgerüstet sind, die das Stellplattenpaket seitlich, oben oder unten umfassen.
5. Kammer nach Anspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, dass die zwischen den temperierbaren Bauteilen bzw. Platten (31 bis 36) vorhandenen Abstände so bemessen sind, dass der Wasserdampftransport zwischen den Stellflächen und einem an die Kammer (1) angeschlossenen Kondensator (23) im wesentlichen ungehindert stattfindet.
6. Kammer nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Stellplatten (4) und die der optischen Abschirmung dienenden temperierbaren Platten (31 bis 36) Bestandteil eines gemeinsamen Kältekreislaufs (11) sind.
7. Kammer nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Stellplatten (4) und die temperierbaren, der optischen Abschirmung dienenden Platten (31 bis 36), jeweils Bestandteile eines Kältekreislaufs (11, 41) sind, welche voneinander unabhängig sind.
8. Kammer nach einem der vorhergehenden Ansprüche mit einer Kammertür, dadurch gekennzeichnet, dass die Türinnenwandung (36) eines oder mehrerer der temperierbaren Bauteile bzw. Platten (31 bis 36) trägt.
9. Kammer nach einem vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass ein der Steuerung des Ablaufs des Gefriertrocknungsprozesses dienender

Drucksensor (16) innerhalb des nach außen optisch
dicht abgeschirmten Raumes angeordnet ist.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

- Leerseite -

